

CONDUCTIVE PASTE

Publication number: JP5028827

Publication date: 1993-02-05

Inventor: KUDO YASUTO

Applicant: SUMITOMO METAL MINING CO

Classification:

- international: **C04B41/88; H01B1/16; H05K1/09; C04B41/88;
H01B1/14; H05K1/09; (IPC1-7): C04B41/88; H01B1/16;
H05K1/09**

- European:

Application number: JP19910207490 19910724

Priority number(s): JP19910207490 19910724

Report a data error here

Abstract of JP5028827

PURPOSE:To provide a paste excellent in both of adhesive strength and solder wettability in relation to conductive paste to be used in the case of, for instance, forming a copper wiring on a ceramic substrate, or the like. **CONSTITUTION:**In a conductive paste, in which copper powder, glass powder and an inactive filler are dispersed in a liquid vehicle. Lithium carbonate is used as the inactive filler. The contents of the lithium carbonate, copper powder and glass powder are set to lithium carbonate of 0.1 to 0.8wt.%, glass powder of 0.5 to 4.0wt.% and the rest is copper powder respectively on the whole solid matter basis.

.....
Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-28827

(43)公開日 平成5年(1993)2月5日

(51)Int.Cl. ⁵	識別記号	庁内整理番号	FI	技術表示箇所
H 0 1 B 1/16	Z	7244-5G		
C 0 4 B 41/88	C	6971-4G		
H 0 5 K 1/09	Z	8727-4E		

審査請求 未請求 請求項の数1(全 5 頁)

(21)出願番号 特願平3-207490

(22)出願日 平成3年(1991)7月24日

(71)出願人 000183303

住友金属鉱山株式会社

東京都港区新橋5丁目11番3号

(72)発明者 工藤 康人

東京都青梅市河辺町1-813-7

(74)代理人 弁理士 菅 直人 (外1名)

(54)【発明の名称】 導電性ペースト

(57)【要約】

【目的】 例えばセラミック基体等の上に銅配線を形成する場合などに用いる導電性ペーストに係り、接着強度や半田濡れ性が共に優れたペーストを提供することを目的とする。

【構成】 銅粉末、ガラス粉末および不活性充填剤を液体ビヒクル中に分散させた導電性ペーストにおいて、上記不活性充填剤として炭酸リチウムを用い、その炭酸リチウムと銅粉末およびガラス粉末の含有量は、それ等の全固形物に対して、それぞれ炭酸リチウムが0.1～0.8重量%、ガラス粉末が0.5～4.0重量%、残部が銅粉末となるようにしたことを特徴とする。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 銅粉末、ガラス粉末および不活性充填剤を液体ビヒクル中に分散させた導電性ペーストにおいて、上記不活性充填剤として炭酸リチウムを用い、その炭酸リチウムと銅粉末およびガラス粉末の含有量は、それ等の全固形物に対して、それぞれ炭酸リチウムが0.1～0.8重量%、ガラス粉末が0.5～4.0重量%、残部が銅粉末となるようにしたことを特徴とする導電性ペースト。

【発明の詳細な説明】**【0001】**

【産業上の利用分野】 本発明は、例えばセラミック基体等の上に銅配線を形成する場合などに用いる導電性ペーストに関する。

【0002】

【従来の技術】 従来、例えばセラミック基体上に銅配線を形成するために、銅粉末を液体ビヒクル中に分散させた導電性ペースト（ペースト状組成物）を、スクリーン印刷などの手法により所望のパターンでセラミック基体上に塗布し、600～900℃の不活性雰囲気中で焼成することが行われている。上記のような導電性ペーストとしては、一般に、導電粉末として銅を80～96重量部、軟化点400～700℃の珪酸鉛ガラス粉末2～10重量部、および／または酸化ビスマスや酸化銅粉末などの不活性充填剤2～15重量部の固形分を、液体ビヒクル中に分散させたものが用いられている。また上記のような液体ビヒクルとしては、メタクリレート樹脂、アクリル樹脂、ブチラル樹脂などをターピネオール、トルエンなどの有機溶剤に溶かしたものが用いられ、印刷に適した粘性に調整される。

【0003】 上記の導電性ペーストをセラミック基体等に塗布して焼成すると、まず300～600℃で樹脂の熱分解が起こって塗膜から除去され、さらに温度が上昇すると、銅粉末は焼結して導電性被膜を形成し、ガラス粉末は軟化して導電性被膜とセラミック基体の界面に移行し、両者を接着させる結合剤の役目を果たす。そのガラス粉末による導電性被膜とセラミック基体の接着強度は、ガラス粉末の含有量を増やすと増大するが、その反面、導電性被膜の表面にもガラスが浮き出るので、半田濡れ性が著しく低下する。そこで、上記の接着強度と半田濡れ性の性能を両立させるために前記のようなペースト組成物中に不活性充填剤を含有させることが多い。上記のような不活性充填剤としては、例えば酸化鉛、酸化銅あるいは酸化ビスマスなどを用いるのが一般的であり、セラミック基体との反応による接着強度の強化あるいは半田との反応による半田濡れ性の補助などに効力を発揮する。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】 ところが、上記のようにペースト組成物中に添加した不活性充填剤の個々の成

分は、少量を焼成炉に投入した場合には問題なく作用することが多いが、量産の場合には樹脂の熱分解の際に局部的な還元状態が形成され、組成物中の酸化ビスマスおよび酸化鉛が一部還元される。その結果、導電被膜の接着強度あるいは半田濡れ性に不良が発生するばかりでなく、還元されたビスマスおよび鉛が揮発して焼成炉内を移動し排出口に至って冷却されて析出し、長い間には排出口を塞いでしまうので、熱分解された樹脂の排出が不十分もしくは不能となって基板を汚し、大量の不良が発生する等のおそれがあった。

【0005】 本発明は上記の問題点を鑑みて提案されたもので、上記のように還元されやすい酸化ビスマスや酸化鉛等をペースト組成物中に含有させなくとも十分な接着強度や半田濡れ性を維持させることのできる導電性ペーストを提供することを目的とする。

【0006】

【課題を解決するための手段】 上記の目的を達成するために本発明による導電性ペーストは、以下の構成としたものである。即ち、銅粉末、ガラス粉末および不活性充填剤を液体ビヒクル中に分散させた導電性ペーストにおいて、上記不活性充填剤として炭酸リチウムを用い、その炭酸リチウムと銅粉末およびガラス粉末の含有量は、それ等の全固形物に対して、それぞれ炭酸リチウムが0.1～0.8重量%、ガラス粉末が0.5～4.0重量%、残部が銅粉末となるようにしたことを特徴とする。

【0007】

【作用】 前記従来の問題点を鑑み、本発明者は不活性充填剤として種々の物質を検討した結果、炭酸リチウムを添加すれば接着強度と半田濡れ性の両特性を格段に改善できることを見出した。そこで本発明においては、不活性充填剤として炭酸リチウムを用いたもので、上記のように接着強度と半田濡れ性の両特性を格段に改善できるだけでなく、前記従来のように還元されやすい酸化ビスマスや酸化鉛等を用いないので、還元されたビスマスや鉛が焼成炉の排出口に析出して排出口を塞いでしまう等の前記の不具合を解消することが可能となる。

【0008】 なお上記の炭酸リチウムによる半田濡れ性および接着強度の改善効果は共に、全固形物中の炭酸リチウムの含有量が0.1重量%以上から表れ、その添加量に対する効果に極大値を持っている。その極大値は、ガラスの添加量によって変化するが、概ね接着強度、半田濡れ性共に炭酸リチウムの含有量が0.2～0.5重量%に存在する。しかし、炭酸リチウムの添加量が多すぎると特性値はむしろ悪くなるので、最適の含有量は0.1重量%から0.8重量%である。

【0009】 ガラス粉末としては、例えば珪酸ガラスを利用することができ、種々のものが市販されているが、これは通常酸化ホウ素、酸化ケイ素、酸化バリウム、酸化カルシウム、アルミナなどを所定の組成に配合

し、これを900～1600℃で熔融した後に急冷して得られる。ガラスの性状は、軟化点400～700℃で、熱膨張率が用いるセラミック基体等にほぼ等しいものが好ましい。固形物中のガラス含有量は0.5～4.0重量%程度とすればよいが、ガラスの量が多くなるにしたがってセラミックの基体との接着強度は強くなり、これに反して半田濡れ性は悪くなるので最適量を調整しなければならない。最適量は、ガラスの種類によって異なるが、一般的に1～3%重量が好ましい。

【0010】銅粉末は800～900℃で十分に焼結する程度に細かくしたものをを用いるのが望ましい。ただし、あまり細かすぎると液体ビヒクル中に分散させるのが困難になり、また保存中に酸化されやすいので、好ましくは平均粒径0.5～2μm程度のものをを用いるのが望ましい。

【0011】銅粉末、ガラス粉末、不活性充填剤などの固形粉末は液状ビヒクルと混練してペースト状組成物とされ、この組成物は150～400メッシュのスクリーンによって円滑に通過し得る粒径のものとすればよく、

10ミクロン以上の粒子が殆どない平均粒径2ミクロン以下のものが適している。

【0012】液状ビヒクルとしては、例えばターピネオール、ブチルカルビトール、トルエンなどの溶剤にエチルセルロース、メタクリレート樹脂などを溶解したものを使用できる。またスクリーン印刷に好適なペーストとするためには、液状ビヒクルは固体粉末100重量部に対し、12～25重量部程度とするのがよい。

【0013】

【実施例】アトマイズした銅粉末を分級して、最大粒径が7μm以下で平均粒径約1.7μmの粉末を調整した。炭酸リチウムおよびガラス量を種々変化させて、残部銅粉とした固形分100重量部を液体ビヒクル13重量部とともに混練してペースト状組成物とした。液体ビヒクルにはブチルメタクリレート濃度22重量%のターピネオール溶液を用いた。用いたガラス粉末の組成は下記表1の通りであり、軟化点677℃、熱膨張率は30～300℃までで、 $68 \times 10^{-7}/^{\circ}\text{C}$ である。

【0014】

表 1

成 分	SiO ₂	B ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	MgO	CaO	ZrO ₂	Na ₂ O	K ₂ O
重量%	49.7	19.1	7.6	8.5	11.0	1.3	1.7	1.1

【0015】上記ペースト状組成物をアルミナ基板上にテスト用パターンでスクリーン印刷し、ピーク温度900℃、ピーク時間8分、全焼成サイクル60分のベルト式焼成炉により窒素雰囲気中で焼成した。その雰囲気中の酸素濃度は300～600℃の昇温過程で15±5ppm、その他の領域を3ppm以下とした。得られたテストパターンの導電性被膜について次の様な接着強度と半田濡れ性の試験を行った。

(イ) 接着強度試験

2ミリ角のパターン上に0.65mmφのメッキ銅線を37Pb/63Snの半田を用いて半田付けし、垂直方

向に引っ張って剥離し、剥離時の引張力を求めた。

(ロ) 半田濡れ性試験

2ミリ角のパターン上にフラックス（タムラ化研製、XA-100）を塗布して、該パターンを37Pb/63Sn半田浴（230℃）に5秒間浸漬し、冷却後パターン上の濡れ面積比率を求めた。

【0016】以上の結果を下記表2および表3にまとめて示す。なお下記表2の試験No.1～8は本発明に基づく実施例によるものであり、表3の試験No.1～9はその比較例である。

【0017】

表 2

実施例	試験 No.	Li ₂ CO ₃ (wt%)	ガラス量 (wt%)	接着強度 (kg)	半田濡れ性 (%)
	1	0.10	0.5	4.2 ○	90 ○
	2	0.10	4.0	8.1 ○	80 ○
	3	0.30	0.5	5.8 ○	100 ○
	4	0.30	4.0	8.3 ○	85 ○
	5	0.50	0.5	5.4 ○	100 ○
	6	0.50	4.0	7.8 ○	90 ○
	7	0.80	0.5	4.4 ○	95 ○
	8	0.80	4.0	6.1 ○	80 ○

【0018】

表 3

比較例	試験 No.	Li ₂ CO ₃ (wt%)	ガラス量 (wt%)	接着強度 (kg)	半田濡れ性 (%)
	1	0.00	0.5	2.2 ×	80 ○
	2	0.00	1.0	3.7 ×	55 ×
	3	0.00	4.0	4.4 ○	45 ×
	4	0.05	0.5	3.8 ×	85 ○
	5	0.05	1.0	4.9 ○	75 ×
	6	0.90	0.5	1.4 ×	80 ○
	7	0.90	4.0	2.7 ×	70 ×
	8	0.50	0.2	3.5 ×	100 ○
	9	0.50	4.5	7.9 ○	75 ×

【0019】上記の接着強度と半田濡れ性の試験結果は、一般に接着強度4.0kg以上、半田濡れ性80%以上の値が要求されるので、合格値には○印を、不合格値には×印を付けた。

【0020】本発明による表2の試験No.1～8は、上

記の特性を全て合格しているが、比較例における表3の試験No.1～9は何れかの特性が不合格である。特に、表3の試験No.1～3は、ガラスのみの添加では接着強度、半田濡れ性共に優れた導電性被膜を得るのが困難であることを示している。また、表3の試験No.4～9

は炭酸リチウムあるいはガラス量が少なすぎても多すぎても接着強度あるいは半田濡れ性に不具合が発生することを示している。

【0021】

【発明の効果】本発明によれば、セラミック基体上等に接着強度、半田濡れ性に優れた導電性被膜を形成するの

に適した導電性ペーストを提供することが可能となり、前記従来のように接着強度あるいは半田濡れ性の不足による不良の発生や、セラミック基体等の汚損による不良の発生を未然に防止して、歩留りや生産性を大幅に向上させることができる等の効果がある。